

**УНИВЕРЗИТЕТ У НОВОМ САДУ**

**ТЕХНОЛОШКИ ФАКУЛТЕТ**

**ИЗВЕШТАЈ О ОЦЕНИ ДОКТОРСKE ДИСЕРТАЦИЈЕ**

**Нада Граховац, дипл. инж. технологије- мастер**

<b>ПОДАЦИ О КОМИСИЈИ</b>
<p>1. Датум и орган који је именовао комисију</p> <p>21.10.2016. године, на 34. седници Наставно-научног већа Технолошког факултета Универзитета у Новом Саду.</p> <p>Састав комисије са назнаком имена и презимена сваког члана, звања, назива уже научне области за коју је изабран у звање, датума избора у звање и назив факултета, установе у којој је члан комисије запослен:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• <b>Др Снежана Кравић</b>, доцент, Технолошко-инжењерске хемије, 16.07.2012., Технолошки факултет Нови Сад, Универзитет у Новом Саду, председник;</li><li>• <b>Др Звонимир Сутуровић</b>, редовни професор, Примењене и инжењерске хемије, 23.01.2003., Технолошки факултет Нови Сад, Универзитет у Новом Саду, ментор;</li><li>• <b>Др Анкица Кондић-Шпика</b>, научни саветник, Генетика и оплемењивање биљака, 17.12.2014., Институт за ратарство и повртарство, Нови Сад, члан.</li></ul>
<b>II ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ</b>
<p>1. Име, име једног родитеља, презиме:</p> <p>Нада, Лука, (рођ. Остојић) Граховац</p> <p>2. Датум рођења, општина, држава:</p> <p>22.07.1980., Ehenbichl-Reutte, Аустрија</p> <p>3. Назив факултета, назив студијског програма дипломских академских студија – мастер и стечени стручни назив</p> <p>Технолошки факултет Нови Сад, Универзитет у Новом Саду, Контрола квалитета, мастер инжењер технологије</p> <p>4. Година уписа на докторске студије и назив студијског програма докторских студија</p> <p>2009, Прехрамбено инжењерство</p> <p>5. Назив факултета, назив магистарске тезе, научна област и датум одбране:</p> <p>-</p> <p>6. Научна област из које је стечено академско звање магистра наука:</p> <p>-</p>
<b>III НАСЛОВ ДОКТОРСKE ДИСЕРТАЦИЈЕ:</b>
<p>„Праћење остатака сулфониуреа у земљишту у реалним условима применом високо-притисне течне хроматографије“</p>

#### **IV ПРЕГЛЕД ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:**

Докторска дисертација дипл. инж. технологије- мастер Наде Граховац је прегледно и јасно изложена у седам поглавља:

1. Увод (стр. 1-3),
2. Теоријски део (стр. 4-73),
3. Циљ истраживања (стр.74-75),
4. Експериментални део (стр. 76-90),
5. Резултати и дискусија (стр. 91-136)
6. Закључак (стр. 137-139),
7. Литература (стр. 140-161).

Докторска дисертација написана је на 161 страни А4 формата, садржи 54 слике, 34 табеле и 299 литературних навода. На почетку су дате кључне документацијске информације са кратаким изводом на српском и енглеском језику.

#### **V ВРЕДНОВАЊЕ ПОЈЕДИНИХ ДЕЛОВА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ:**

**Наслов** докторске дисертације је јасно и прецизно формулисан, одражава текст и садржај истраживања.

У **Уводу** аутор указује на значај праћења простирања пестицида, са посебним освртом на остатке сулфониуреа (СУ) хербицида. У циљу превенције непожељних ефеката по људско здравље, животну средину, као и последица које могу изазвати остаци СУ хербицида својим кретањем од места примене до подземне, односно површинске воде наведен је значај одређивања њихових остатака у земљишту.

**Теоријски део** дисертације садржи девет делова. Кандидаткиња најпре пише о пестицидима и њиховој класификацији, истичући поделу пестицида према њиховој намени, и даје кратак преглед токсиколошких појмова. Даље, аутор говори о параметрима и процесима који одређују судбину пестицида у земљишту и њихову постојаност и покретљивост, док у другом делу аутор наводи да судбина пестицида у земљишту зависи, како од карактеристика пестицида и земљишта, тако и од климатских фактора. У трећем делу поглавља Теоријски део аутор говори о хербицидима, њиховој подели на основу деловања и карактера дејства, док у четвртном делу кандидаткиња посебно обрађује сулфониуреа. У овом поглављу изнети су и латентни подаци који указују на изузетан значај сулфониуреа, које су одабране као предмет истраживања ове докторске дисертације. Због испољавања резидуалног ефекта, сулфониуреа представљају ризик за наредне планиране осетљиве усеве (шећерна репа, сунцокрет, махунарке и др.), а у зависности од карактеристика земљишта и климатских услова. Кандидаткиња је дала исцрпан преглед значаја СУ-а указујући на потребу њиховог одређивања у земљишту. Такође је дат детаљан преглед до сада коришћених инструменталних метода за њихово квалитативно и квантитативно одређивање, са посебним освртом на течну хроматографију, и припрему узорка који садрже остатке СУ-а у земљишту. У овом поглављу кандидаткиња је посветила значај микроталасној екстракцији, методи која се због својих предности све више примењује у аналитичке сврхе. Последњи део овог поглавља бави се теоријских основама хроматографских метода, са посебним освртом на високо-притисну течну хроматографију, као најпримењенију аналитичку технику у анализи остатака СУ.

На основу проучене и систематизоване литературе, кандидаткиња је била у могућности да анализира и објасни добијене резултате и да их упореди са резултатима других аутора, који су радили на сличној или истој проблематици.

У поглављу **циљ истраживања** кандидаткиња истиче да је одлучено да се у оквиру ове докторске дисертације истраживања усмере на развој методе за одређивање садржаја остатака сулфониуреа хербицида у узорцима земљишта применом високо-притисне течне хроматографије са UV детектором са низом диода (HPLC-UV-DAD) као и високо-притисном течном хроматографијом са масеним детектором (HPLC-MS-MS) за потребе осетљивијих, селективнијих и тачнијих одређивања СУ. Кандидаткиња у овом поглављу наводи да ће истраживања у оквиру ове дисертације обухватити и дефинисање одговарајућег поступка припреме узорка земљишта и пречишћавања екстракта применом екстракције на чврстој фази (SPE) као и одређивање садржаја испитиваних СУ у реалним узорцима земљишта оптимизованом методом течне хроматографије са UV-DAD детектором. Примењивост и исправност HPLC-UV-DAD методе ће се проверити анализом одабраних узорка са HPLC-MS-MS. Постојаност испитиваних СУ у земљишту ће се пратити при реалним климатским условима у одређеном периоду.

На основу изнетог може се констатовати да је циљ истраживања јасно и прецизно дефинисан и да не одступа од формулација датих у Пријави докторске дисертације.

**Експериментални део** описује поставку огледа у пољу и лабораторији за испитивање дисипације (расипања) испитиваних сулфониуреа у земљишту. Даље, аутор даје преглед стандардних метода које су коришћене при одређивању физичко-хемијских карактеристика земљишта. Следи опис поставке експеримента у циљу оптимизације поступка припреме узорака за анализу који обухвата екстракцију сулфониуреа из земљишта и пречишћавање добијених екстраката применом екстракције на чврстој фази. Даље аутор наводи оптималне усвојене услове анализе СУ високо-притисном течном хроматографијом уз детекцију UV детектором са низом диода и тандем масеном спекрометријом. Следи приказ начина одређивања основних аналитичких показатеља: тачности методе, границе детекције и квантитативног одређивања, исправности поступка припреме узорака и исправности развијене HPLC-UV-DAD методе за квалитативно и квантитативно одређивање остатака СУ у земљишту.

**Резултати и дискусија** обухватају шест поглавља. У првом поглављу приказани су резултати испитивања физичко-хемијских особина земљишта, која су била засејана кукурузом и сојом. На основу добијених резултата изведено је његово класирање према домаћој регулативи и одредбама које прописује FAO-WRB.

Друго поглавље садржи резултате испитивања оптималних услова рада HPLC-UV-DAD методе за одређивање и праћење остатака одабраних СУ хербицида (никосулфурон, оксасулфурон, триасулфурон, трибенурон-метил, тритосулфурон, римсулфурон и просулфурон), а што обухвата: испитивање састава растварача, састава мобилне фазе, услове градијентне елуције и избор таласне дужине. Поред тога, у оквиру овог поглавља приказани су резултати испитивања тачности дефинисане методе, опсег линеарности, као и резултати одређивања границе детекције и границе квантитативног одређивања испитиваних СУ. Осим тога, у овом поглављу приказани су резултати испитивања везани за утицај матрикса земљишта на осетљивост дефинисане HPLC-UV-DAD методе при одређивању садржаја испитиваних СУ.

У трећем поглављу приказани су резултати испитивања оптималних услова рада високо-притисне течне хроматографије са MS-MS детектором за потребе осетљивијих, селективнијих, а тиме и тачнијих одређивања одабраних СУ. У циљу повећања осетљивости примењене HPLC-MS-MS технике при одређивању СУ испитан је утицај колизионе енергије за циљане и идентификационе јоне као и напони на фрагментору за родитељске јоне (прекурсор јоне). Поред тога, дефинисан је опсег линеарности и одређене су границе детекције и границе квантификације за одабране СУ.

Четврто поглавље обухвата веома значајне резултате испитивања везане за припрему узорака земљишта. Кандидаткиња је утврдила да је поступак припреме узорака применом микроталаса био ефикаснији у односу на поступак припреме применом ултразвука, а поред тога је омогућио добијање репродуктивнијих резултата анализа и краће је трајао. У оквиру испитивања везаних за припрему узорака микроталасном екстракцијом утврђено је да је смеша дихлорметан-ацетонитрил (2:1, v/v) закишељена са сирћетном киселином (0,8%, v/v) уз додатак урее (0,3 g) омогућила највећу ефикасност при екстракцији СУ из узорака земљишта. Утврђена је оптимална температура екстракције од 50°C, време екстракције од 10 минута и однос запремине смеше растварача и масе земљишта од 1 mL g<sup>-1</sup>. Допринос истраживању изведених у оквиру ове дисертације остварен је дефинисањем веома селективног поступак „пречишћавања“, односно одвајања испитиваних СУ од осталих једињења присутних у матриксу земљишта. Кандидаткиња је у ту сврху применила поступак екстракције на чврстој фази (SPE) и утврдила да је силика гел најефикаснији адсорбент. Такође је утврдила да је смеша дихлорметан-ацетон (7,5:2,5, v/v) омогућила најбоље раздвајање испитиваних СУ од осталих једињења у матриксу земљишта, која су исто тако била адсорбована на адсорбенту.

У петом поглављу приказани су резултати одређивања садржаја никосулфурана, римсулфурана, просулфурана и оксасулфурана применом HPLC-UV-DAD методе у земљишту третираним комерцијалним формулацијама наведених СУ у различитим дозама (комерцијално препоручена доза, једна мања и две веће од комерцијално препоручене дозе). Посебно је битно истаћи да су анализирани узорци земљишта (како за лабораторијске, тако и за огледе у пољу) били испитивани од момента третирања земљишта хербицидима па до момента од 50 дана, и то на различитим дубинама (0-15 cm, 15-30 cm, 30-45 cm). Применљивост и исправност HPLC-UV-DAD методе је проверена анализом одабраних узорака земљишта узетих у пољу са оптимизованом методом HPLC-MS-MS.

У шестом поглављу кандидаткиња је приказала добијене резултате дисипације испитиваних СУ у функцији времена применом Mittag-Leffler-ове функције. Резултати су прегледно и јасно приказани и критички продискутовани у складу са досадашњим научним сазнањима.

На крају рада су изведени **Закључци** из добијених резултата и њихове дискусије, а који одговарају постигнутим циљевима дисертације.

У последњем поглављу **Литература** кандидаткиња наводи 299 референци које су коришћене у писању ове дисертације и које су цитиране на умешан и правилан начин. Избор референци је примерен тематици која је проучавана.

#### **VI СПИСАК НАУЧНИХ И СТРУЧНИХ РАДОВА КОЈИ СУ ОБЈАВЉЕНИ ИЛИ ПРИХВАЋЕНИ ЗА ОБЈАВЉИВАЊЕ НА ОСНОВУ РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА У ОКВИРУ РАДА НА ДОКТОРСКОЈ ДИСЕРТАЦИЈИ**

M23- Рад у часопису међународног значаја:

1. **Nada Grahovac**, Zorica Stojanović, Snežana Kravić, Dejan Orčić, Zvonimir Suturović, Ankica Kondić-Špika, Jovica Vasin, Dragana Šunjka, Snežana Jakšić, Miloš Rajković, Nenad Grahovac. Determination of residues of sulfonylurea herbicides in soil by using microwave-assisted extraction and high performance liquid chromatographic method. *Hemijska Industrija*, DOI:10.2298/HEMIND160224039G, *in press*, 2016. (SCI: Engineering, Chemical, 117/135, IF: 0,462)

M33 – Саопштење са међународног скупа штампано у целини:

1. **Nada Ostojić**, Tijana Zeremski-Škorić, Petar Sekulić, Simonida Đurić, Snežana Jakšić. Degradation of nicosulfuron in soil. Proc. of the 16th International Symposium on Analytical and Environmental Problems, SZAB Szeged, Hungary, 28th September, 2009, 219-222.
2. **Nada Grahovac**, Zvonimir Suturovic, Ankica Kondic-Spika, Petar Sekulić, Sanja Lazić, Dragana Šunjka, Snežana Jakšić. Analytical method validation for the determination of sulfonylurea herbicides in water samples by solid-phase extraction and HPLC with diode-array detection. Proc. of the 13<sup>th</sup> International Conference on Environmental Science and Technology (CEST2013), Athens, Greece, 5-7 September, 2013, cd-edition. [737] 1-8.
3. Sanja Lazić, Dragana Šunjka, **Nada Grahovac**. Sulfonylurea herbicides residues analysis in soil. Proc. of the 20<sup>th</sup> International Symposium on Analytical and Environmental Problems, Szeged, Hungary, 22<sup>nd</sup> September, 2014, 143-146.
4. Sanja Lazić, Dragana Šunjka, **Nada Grahovac**. Nicosulfuron residues in agricultural soil. Proc. of the 7<sup>th</sup> Congress on Plant Protection „Integrated Plant Protection-a Knowledge-Based Step towards Sustainable Agriculture, Forestry and Landscape Architecture“, Plant Protection Society of Serbia, IOBC-EPRS, IOBC-WPRS, Zlatibor, Serbia, 24-28 November, 2014, 329-332.

M34 – Саопштење са међународног скупа штампано у изводу:

1. **Nada Grahovac**, Zvonimir Suturović, Petar Sekulić, Dragana Šunjka, Snežana Jakšić. Microwave-assisted solvent extraction and reversed-phase liquid chromatography with diode array detection for screening sulfonylurea herbicides in soil samples. Proc. of the Annual MGPR Meeting 2012 and International Conference on Food and Health Safety: Moving Towards a Sustainable Agriculture, Belgrade, Serbia, 11-12 October 2012, str. 76.
2. **Nada Grahovac**, Zvonimir Suturović, Petar Sekulić, Zorica Stojanović, Dragana Šunjka, Snežana Jakšić. Trace analysis of sulfonylurea herbicides in soil samples using solid phase extraction and liquid chromatography with photo diodes detection. Proc. of the Annual MGPR Meeting 2012 and International Conference on Food and Health Safety: Moving Towards a Sustainable Agriculture, Belgrade, Serbia, 11-12 October 2012, str.78.
3. **Nada Grahovac**, Zvonimir Suturović, Ankica Kondić-Špika, Petar Sekulić, Sanja Lazić, Dragana Šunjka, Snežana Jakšić. Dissipation of nicosulfuron and oxasulfuron in soil under field condition. Book of abstracts 8<sup>th</sup> International Symposium of Pesticides in Food and the Environment in Mediterranean Countries, Cappadocia (Urgup)/Nevsehir, Turkey, 12-14 September 2013, str. 105.

M64- Саопштење са скупа националног значаја штампано у изводу:

1. **Nada Grahovac**, Petar Sekulić, Tijana Zeremski Škorić. HPLC metoda za određivanje sulfonilurea, Zbornik rezimea radova sa X Simpozijuma sa Savetovanjem o zaštiti bilja, Zlatibor, 29. novembar - 3. decembar 2010. str.137-138.

2. **Nada Grahovac**, Ankica Kondić-Špika, Zvonimir Suturović, Petar Sekulić, Dragana Šunjka, Snežana Jakšić. Ekstrakcija nikosulfurona iz zemljišta. Knjiga izvoda 6. Simpozijuma "Hemija i zaštita životne sredine EnviroChem 2013", Vršac, 21-24 Maj 2013, str.392-393.

## VII ЗАКЉУЧЦИ ОДНОСНО РЕЗУЛТАТИ ИСТРАЖИВАЊА

1. Развијена је брза, једноставна и селективна метода за рутинско одређивање и праћење остатака хербицида на бази сулфонилуреа (никосулфурон, оксасулфурон, трибенурон метил, тритосулфурон, триасулфурон, римсулфурон и просулфурон) у земљишу применом високо-притисне течне хроматографије са UV детектором са низом фотоосетљивих диода (DAD). Раздвајање СУ је изведено уз коришћење Zorbax Eclipse XDB-C<sub>18</sub> колоне.
2. У циљу дефинисања одговарајућих услова анализе, испитан је и дефинисан утицај најзначајнијих експерименталних фактора. Усвојени су следећи оптимални услови градијентне елуције: мобилна фаза ацетонитрил (А) и 0,1% сирћетна киселина (Б),  $t = 0$  мин, 52% А;  $t = 2-2,5$  мин, 47% А;  $t = 2,5-5$  мин, 52% А, ре-еквилибрација 3 мин, при константном протоку од  $1 \text{ mL min}^{-1}$  и температури колоне од  $25^{\circ}\text{C}$ . Укупно време анализе је износило 8 минута, а ињектована запремина узорка је била  $10 \mu\text{L}$ . На основу одзива аналитичког сигнала, његове репродуктивности и линеарности, таласна дужина од  $240 \text{ nm}$  је усвојена као одговарајућа.
3. Добра линеарност аналитичког сигнала утврђена је у опсегу садржаја смеше СУ од  $5-100 \text{ mg L}^{-1}$  у модел систему ( $R^2 = 0,9934-0,9954$ ), као и у припремљеном екстракту неконтаминираниог земљишта ( $R^2 = 0,9902-0,9940$ ). Утврђено је да је утицај матрикса био изражен (84,11% за никосулфурон, 92,13% за оксасулфурон, 91,25% за трибенурон метил, 86,54% за тритосулфурон, 87,14% за триасулфурон, 93,72% за римсулфурон и 91,49% за просулфурон) те је стога за квантитативно одређивање садржаја СУ у узорцима земљишта применом HPLC-UV-DAD методе коришћена MMC калибрациона крива.
4. При анализи екстракта неконтаминираниог земљишта остварена је граница квантитативног одређивања за никосулфурон, оксасулфурон, трибенурон метил, тритосулфурон, триасулфурон, римсулфурон и просулфурон од  $3,16 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $3,40 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $3,76 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $4,13 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $3,60 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $3,04 \mu\text{g kg}^{-1}$  и  $2,97 \mu\text{g kg}^{-1}$ , редом.
5. За потребе осетљивијих, селективнијих и тачнијих одређивања СУ у земљишту, дефинисана је метода уз примену течне хроматографије са тандемском масеном спектрометријом (MS-MS). HPLC-MS-MS је коришћена као референтна техника за проверу резултата који су добијени применом HPLC уз UV-DAD детектор. Дефинисани су одговарајући услови одређивања СУ. Најосетљивије одређивање СУ је постигнуто уз примену, напона фрагментатора од  $120 \text{ V}$ , оптимална колизиона енергија за „циљане” јоне износила је  $10 \text{ V}$  за трибенурон метил, римсулфурон и просулфурон,  $15 \text{ V}$  за тритосулфурон и триасулфурон и  $16 \text{ V}$  за никосулфурон и оксасулфурон. Оптимална колизиона енергија за јоне који су коришћени за идентификацију износила је  $10 \text{ V}$  за просулфурон,  $12 \text{ V}$  за никосулфурон и тритосулфурон,  $15 \text{ V}$  за триасулфурон и трибенурон метил и  $20 \text{ V}$  за оксасулфурон и римсулфурон. Границе детекције остварене применом HPLC-MS-MS износиле су  $0,163 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $0,064 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $0,091 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $0,065 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $0,056 \mu\text{g kg}^{-1}$ ,  $0,079 \mu\text{g kg}^{-1}$  и  $0,043 \mu\text{g kg}^{-1}$ , за никосулфурон, оксасулфурон, трибенурон метил, тритосулфурон, триасулфурон, римсулфурон и просулфурон, редом.
6. Дефинисан је ефикасан поступак за припрему узорка земљишта у циљу хроматографског одређивања СУ. Најефикаснија екстракција остварена је применом смеше дихлорметан-ацетонитрил (2:1, v/v), закишељене сирћетном киселином (0,8%, v/v), уз додатак урее ( $0,3 \text{ g} / 10 \text{ g}$  земљишта). Поступак микроталасне екстракције у затвореном систему омогућио је најбоље услове за екстракцију СУ.
7. У циљу издвајања СУ, из матрикса екстракта земљишта, примењена је екстракција на чврстој фази (SPE) са силика гелом као адсорбенсом. Најбоља ефикасност елуције остварена је применом смеше дихлорметан-ацетон ( $7,5:2,5$ , v/v) уз претходно уклањање интерферирајућих супстанци са *n*-хексаном. Поновљивост резултата анализа, као и вредност теста поврата потврдили су поузданост примењеног поступка издвајања СУ.
8. Дефинисана метода за одређивање испитиваних СУ, као и развијени поступак припреме узорка,

успешно је примењен у анализи реалних узорак земљишта. Веома добре вредности теста поврата остварене при анализи применом HPLC-UV-DAD методе, потврдиле су пре свега исправност поступка припреме узорак, а делом и комплетне методе. Тачност развијене HPLC-UV-DAD методе за одређивање СУ у земљишту потврђена је паралелним анализама узорак земљишта коришћењем HPLC-MS-MS. Применом Studentovog *t*-testa (упарених вредности), утврђено је да се резултати паралелних анализа статистички значајно не разликују ( $P=95\%$ ).

9. Истраживања у оквиру дисертације обухватила су и праћење дисипације никосулфурон, римсулфурон, оксасулфурон и просуфурон у различитим комерцијалним дозама примене током 50 дана у пољу на три различите дубине (0-15 cm, 15-30 cm и 30-45 cm), као и у лабораторијским условима на две температуре (25<sup>0</sup>C и 30<sup>0</sup>C).
10. Време полуразградње ( $DT_{50}$ ) анализираних СУ (никосулфурон, оксасулфурон и просуфурон) дефинисано је Mittag-Lefler-овом функцијом у огледима у лабораторијским условима на 25<sup>0</sup>C износило је 0,65 дана (50 g ha<sup>-1</sup> a.k.), 0,64 дана (160 g ha<sup>-1</sup> a.k.) и 0,66 дана (30 g ha<sup>-1</sup> a.k.), редом, а на 30<sup>0</sup>C за никосулфурон 0,20 дана (50 g ha<sup>-1</sup> a.k.) и просуфурон 0,49 дана (50 g ha<sup>-1</sup> a.k.).
11. Време полуразградње СУ у пољу, такође дефинисано применом Mittag-Lefler-ове функције износило је 72 минута (0,05 дана), 0,23 дана, 0,12 дана и 0,15 дана за никосулфурон, римсулфурон, оксасулфурон и просуфурон, редом. Значајно већа дисипација која је утврђена истраживањима у оквиру ове дисертације највероватније је узрокована утицајем абиотичких и биотичких процеса, као и фактора спољашње средине.
12. Огледи изведени у циљу праћења дисипације (у површинском слоју земљишта у пољу - до 15 cm и лабораторијским условима) никосулфурана (50 g ha<sup>-1</sup> a.k.), римсулфурана (80 g ha<sup>-1</sup> a.k.), оксасулфурана (80 g ha<sup>-1</sup> a.k.) и просуфурана (20 g ha<sup>-1</sup> a.k.), указали су на знатно већи губитак (за око 10%) наведених СУ у пољу у односу на лабораторијске услове.
13. С обзиром да у нашој земљи не постоји законска регулатива о максималном садржају сулфониуреа у земљишту резултати добијени у овој дисертацији требало би да допринесу доношењу одговарајућег Правилника.

#### **VIII ОЦЕНА НАЧИНА ПРИКАЗА И ТУМАЧЕЊА РЕЗУЛТАТА ИСТРАЖИВАЊА**

Кандидаткиња дипл. инж. тех.- мастер Нада Граховац, успешно је и у целости спровела истраживања која су била предвиђена планом датим у пријави ове дисертације. Наведена испитивања су резултовала бројним подацима који су систематично, јасно и прегледно приказани табеларно, статистички обрађени и интерпретирани. За добијене резултате су дата аргументована објашњења, која су, тамо где је то било могуће, поткрепљена и одговарајућим литературним наводима. Стога се начин приказа и тумачења резултата истраживања оцењује позитивно.

<b>IX КОНАЧНА ОЦЕНА ДОКТОРСKE ДИСЕРТАЦИЈЕ:</b>	
1.	Да ли је дисертација написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме Докторска дисертација под насловом „Праћење остатака сулфониуреа у земљишту у реалним условима применом високо-притисне течне хроматографије“ је у потпуности написана у складу са образложењем наведеним у пријави теме.
2.	Да ли дисертација садржи све битне елементе Докторска дисертација садржи све битне елементе за овакав облик научно истраживачког рада као и за разумевање обрађене теме.
3.	По чему је дисертација оригиналан допринос науци <ul style="list-style-type: none"> <li>- У оквиру ове дисертације развијена је брза, једноставна, довољно осетљива и селективна метода за одређивање и праћење садржаја одабраних хербицида на бази сулфониуреа (никосулфурон, оксасулфурон, триасулфурон, трибенурон-метил, тритосулфурон, римсулфурон и просулфурон) применом HPLC-UV-DAD технике.</li> <li>- Дефинисана је метода HPLC-MS-MS за потребе осетљивијих, селективнијих, и тачнијих одређивања сулфониуреа у узорцима земљишта.</li> <li>- Дефинисан је ефикасан начин припреме узорака земљишта, применом микроталасне екстракције у циљу одређивања СУ. У оквиру поступка припреме узорака земљишта примењена је и техника екстракције на чврстој фази (SPE), у оквиру које је развијен поступак одвајања испитиваних СУ из матрикса земљишта.</li> <li>- Развијене методе у оквиру ове дисертације сигурно ће омогућити одређивање најзначајнијих СУ у земљишту третираном најчешће примењиваним формулацијама пестицида. Поред тога, с обзиром на релативно кратко време трајања анализа у циљу одређивања остатака СУ у земљишту, резултати остварени у овом раду омогућиће анализу много већег броја узорака.</li> <li>- Вероватно је највећи допринос ове докторске дисертације што остварени резултати указују на неопходност не само одређивања већ и праћења садржаја остатака СУ у земљишту, пре свега у циљу исправног планирања плодореда усева, тако и у циљу заштите животне средине. Такође, споменути резултати истраживања би требало да убрзају поступак увођења регулатива у смислу контроле остатака хербицида у земљишту, како у еколошком, тако и у смислу здравствене исправности усева (хране).</li> </ul>
4.	Недостаци дисертације и њихов утицај на резултат истраживања Недостаци докторске дисертације нису уочени.
<b>X ПРЕДЛОГ:</b>	
На основу укупне оцене дисертације, комисија предлаже:	
На основу позитивне оцене докторске дисертације дипл. инж. тех.- мастер Наде Граховац, Комисија предлаже да се прихвати ИЗВЕШТАЈ О ОЦЕНИ ДОКТОРСKE ДИСЕРТАЦИЈЕ, а кандидаткињи одобри одбрана овог рада.	

**ПОТПИСИ ЧЛАНОВА КОМИСИЈЕ**

\_\_\_\_\_  
др Снежана Кравић, доцент, председник комисије

\_\_\_\_\_  
др Звонимир Сутуровић, редовни професор, ментор

\_\_\_\_\_  
др Анкица Кондић-Шпика, научни саветник, члан

НАПОМЕНА: Члан комисије који не жели да потпише извештај јер се не слаже са мишљењем већине чланова комисије, дужан је да унесе у извештај образложење односно разлоге због којих не жели да потпише извештај.